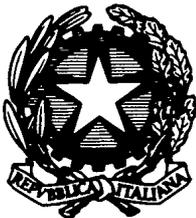
Supplemento ordinario alla "Gazzetta Ufficiale,, n. 186 del 10 agosto 1994 - Serie generale

Spedizione in abbonamento postale (50%) - Roma

DELLA REPUBBLICA ITALIANA

PARTE PRIMA **Roma - Mercoledì, 10 agosto 1994** SI PUBBLICA TUTTI I GIORNI NON FESTIVI

DIREZIONE E REDAZIONE PRESSO IL MINISTERO DI GRAZIA E GIUSTIZIA - UFFICIO PUBBLICAZIONE LEGGI E DECRETI - VIA ARENULA 70 - 00100 ROMA
AMMINISTRAZIONE PRESSO L'ISTITUTO POLIGRAFICO E ZECCA DELLO STATO - LIBRERIA DELLO STATO - PIAZZA G. VERDI 10 - 00100 ROMA - CENTRALINO 85081

N. 114

MINISTERO DELLE RISORSE AGRICOLE
ALIMENTARI E FORESTALI

DECRETO MINISTERIALE 23 luglio 1994.

Approvazione dei «Metodi ufficiali di analisi dei cereali e derivati» - Supplemento n. 4.

SOMMARIO

MINISTERO DELLE RISORSE AGRICOLE ALIMENTARI E FORESTALI

DECRETI, DELIBERE E ORDINANZE MINISTERIALI

MINISTERO DELLE RISORSE AGRICOLE ALIMENTARI E FORESTALI

DECRETO 23 luglio 1994.

Approvazione dei «Metodi ufficiali di analisi dei cereali e derivati» - Supplemento n. 4.

L'ISPETTORE GENERALE CAPO PER LA REPRESSIONE DELLE FRODI

DI CONCERTO CON

I MINISTERI DELLE FINANZE, DELLA SANITÀ E DELL'INDUSTRIA, DEL COMMERCIO E DELL'ARTIGIANATO

Visto il decreto legislativo 3 febbraio 1993, n. 29, concernente norme per la razionalizzazione dell'organizzazione delle amministrazioni pubbliche e revisione della disciplina in materia di pubblico impiego, a norma dell'art. 2 della legge 23 ottobre 1992, n. 421;

Visti l'art. 43 del regio decreto-legge 15 ottobre 1925, n. 2033, convertito nella legge 18 marzo 1926, n. 562, riguardante la repressione delle frodi nella preparazione e nel commercio di sostanze di uso agrario e di prodotti agrari, e l'art. 108 del regolamento di esecuzione dello stesso regio decreto-legge, approvato con regio decreto 1° luglio 1926, n. 1361, i quali prescrivono che le analisi occorrenti in applicazione delle norme contenute nel regio decreto-legge e nel regolamento di esecuzione suddetti dovranno essere eseguite dai lavoratori incaricati con i metodi di analisi prescritti da questo Ministero, di concerto con il Ministero delle finanze, il Ministero della sanità ed il Ministero dell'industria, del commercio e dell'artigianato;

Visti i decreti ministeriali 21 settembre 1967, 29 ottobre 1979 e 27 maggio 1985, relativi all'approvazione dei «Metodi ufficiali di analisi dei cereali», pubblicati rispettivamente nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana n. 285 del 15 novembre 1967, nel supplemento ordinario alla *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana n. 4 del 5 gennaio 1980 e nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana n. 145 del 21 giugno 1985;

Ritenuto necessario integrare ed aggiornare i metodi di analisi approvati con i succitati decreti ministeriali;

Sentito il parere della commissione per l'aggiornamento dei metodi ufficiali di analisi - sottocommissioni e cereali, prevista dagli articoli 110, 111 e 112 del decreto del Presidente della Repubblica 12 febbraio 1965, n. 162, rinnovata col decreto ministeriale 11 febbraio 1981, pubblicato nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana n. 204 del 27 luglio 1981, modificata, da ultimo, per quanto attiene la sottocommissione cereali, col decreto ministeriale 27 aprile 1992, pubblicato nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana n. 108 dell'11 maggio 1992;

Visto l'art. 2 della legge 4 dicembre 1993, n. 491, che istituisce il Ministero delle risorse agricole, alimentari e forestali;

Decreta:

Art. 1.

1. Sono approvati i «Metodi ufficiali di analisi dei cereali e derivati - supplemento n. 4», descritti nell'allegato al presente decreto.

2. Sono abrogati i metodi di analisi per la «Determinazione dell'azoto organico» e per la «Determinazione del glutine (nel frumento)», riportati nell'allegato al decreto ministeriale 21 settembre 1967, concernente l'approvazione dei «Metodi ufficiali di analisi dei cereali».

3. I metodi di analisi «Determinazione delle sostanze azotate nei cereali e derivati», «Determinazione delle sostanze grasse totali», «Determinazione delle impurità solide (filth-test) negli sfarinati e nei prodotti di trasformazione» e «Determinazione dei difetti del riso semigreggio o lavorato», riportati in allegato al presente decreto, si applicano ai prodotti nazionali.

Art. 2.

1. Il presente decreto entra in vigore il giorno successivo alla sua pubblicazione nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana.

Il presente decreto sarà pubblicato nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana.

Roma, 23 luglio 1994

p. Il Ministero delle risorse agricole, alimentari e forestali
L'ispettore generale capo per la repressione delle frodi
GRIMALDI

p. Il Ministero delle finanze
Il direttore centrale del dipartimento delle dogane e imposte indirette
FAVALE

p. Il Ministero della sanità
Il direttore generale per l'igiene degli alimenti e la nutrizione
SILANO

p. Il Ministero dell'industria, del commercio e dell'artigianato
Il direttore generale della produzione industriale
AMMASSARI

ALLEGATO

METODI UFFICIALI DI ANALISI DEI CEREALI E DERIVATI

(Supplemento n. 4)

DETERMINAZIONE DELLE SOSTANZE AZOTATE NEI CEREALI E DERIVATI

1. Scopo e campo di applicazione

Il metodo si applica alla determinazione delle sostanze azotate nei cereali e nei prodotti da essi derivati.

2. Riferimenti

ICC 105/1.

3. Definizione

Per "sostanze azotate" si intende il contenuto di composti azotati nel prodotto analizzato, calcolato moltiplicando il corrispondente contenuto di azoto, determinato con il metodo descritto, per un fattore convenzionale.

4. Principio

Le sostanze organiche presenti nel campione sono ossidate con acido solforico concentrato in presenza di un catalizzatore; il solfato di ammonio che si forma nella reazione è trattato con alcali, e l'ammoniaca che si libera viene distillata e titolata.

5. Reattivi

Tutti i reattivi usati devono essere di qualità e purezza analitica riconosciuta.

5.1. Biossido di selenio sublimato;
5.2. Solfato di rame pentaidrato;
5.3. Solfato di potassio;
5.4. Acido solforico concentrato esente da impurezze azotate, d = 1,84;
5.5. Pomice granulare;
5.6. Paraffina liquida;
5.7. Idrossido di sodio esente da impurezze azotate, soluzione 40% p/v (400 g NaOH diluito a 1 litro);
5.8. Soluzione di acido borico 4% p/v (40 g H_3BO_3 diluito a 1 litro);
5.9. Acido cloridrico (o solforico) 0,1 N;
5.10. Miscela di indicatori di viraggio: 10 ml di soluzione alcoolica 0,1% di verde di bromocresolo e 2 ml di soluzione alcoolica 0,1% di rosso metile;
5.11. Saccarosio.

6. Apparecchiatura

6.1. Macinello da laboratorio;
6.2. Bilancia analitica con precisione di 0,1 mg;
6.3. Pallone per digestione (Kjeldahl) da 800 ml;
6.4. Refrigerante con pescante antirisucchio;
6.5. Beuta di raccolta da 300 ml;
6.6. Buretta da 50 ml graduata a 0,1 o 0,05 ml.

7. Campionamento

Preparare un campione di laboratorio in accordo con le norme vigenti per i prodotti in questione.

8. Procedimento

Il procedimento qui descritto può essere sostituito, in tutto o in parte, con metodi strumentali automatici o semiautomatici, a condizione che i risultati siano confrontabili.

8.1. Preparazione del campione
Macinare il campione, se necessario, in modo che almeno il 90% abbia una finezza inferiore a 1 mm.

8.2. Determinazione

8.2.1. Pesare esattamente 1-2 g di campione (in funzione del presumibile contenuto di azoto) ed introdurlo nel pallone di Kjeldahl (6.3). Aggiungere come catalizzatore 0,1 g di biossido di selenio (5.1), 0,5 g di solfato di rame in polvere (5.2), 5 g di solfato di potassio (5.3) e 20 ml di acido solforico (5.4). Per pesate sensibilmente superiori a 1 g, aumentare la quantità dell'acido solforico in ragione di 10 ml per ogni grammo, e gli altri reagenti nella stessa proporzione.
Qualora vengano usati altri catalizzatori (biossido di titanio, acido clorico, ecc.), è necessario verificare che non vi siano differenze nei risultati.
Qualora sia necessario controllare una eventuale influenza dei reattivi sul risultato, preparare un bianco sostituendo al campione 1 g di saccarosio (5.11), procedendo poi in maniera identica.

8.2.2. Sistemare il pallone in posizione inclinata, e scaldare leggermente fino a che non cessa la produzione di schiuma, aggiungendo se necessario qualche goccia di paraffina (5.6) in funzione di antischiuma. Far bollire poi vivacemente fino ad ottenere una soluzione limpida, ed ancora per 30 minuti.

8.2.3. Raffreddare, aggiungere circa 200 ml di acqua, raffreddare ancora, aggiungere alcuni granelli di pomice (5.5), una piccola quantità di

paraffina (5.6), e 50 ml di soluzione di idrossido di sodio (5.7) senza agitare.

8.2.4. Collegare immediatamente il pallone al refrigerante (6.4), la cui estremità termina nella beuta di raccolta (6.5) in cui sono stati introdotti 25 ml di soluzione di acido borico (5.8), curando che il pescante sia immerso profondamente nella soluzione, al fine di evitare perdite di ammoniaca.

8.2.5. Agitare leggermente il pallone per miscelare il contenuto, quindi scaldare all'ebollizione raccogliendo almeno 150 ml del distillato, al fine di assicurare il passaggio completo dell'ammoniaca nella beuta di raccolta.

8.2.6. Estrarre la beuta, lavare il pescante facendo cadere i lavaggi nella beuta, aggiungere qualche goccia dell'indicatore (5.10) e titolare l'ammoniaca raccolta con acido 0,1 N (5.9) fino a viraggio, a pH 4,1.

9. Espressione dei risultati

Calcolare il contenuto di sostanze azotate per 100 g di sostanza secca con la formula:

$$\text{Sostanze azotate \% s.s.} = \frac{V \cdot N \cdot F \cdot 10000}{E \cdot (100 - U)}$$

dove:
V = ml di acido 0,1 N (5.9);
N = 0,0014008 (grammi di azoto corrispondenti a 1 ml di acido 0,1 N);
E = peso del campione in grammi;
U = umidità percentuale del campione;
F = fattore di conversione dell'azoto in sostanze azotate, eguale a:
5,70 per grano e segale;
5,95 per riso;
6,25 per mais e orzo;
il fattore 6,25 viene anche usato nelle etichette nutrizionali e per i prodotti cerealicoli in miscela.

10. Ripetibilità

La differenza tra i risultati di due determinazioni, effettuate simultaneamente o in rapida successione dallo stesso analista non deve superare i seguenti valori:

- 0,03 in valore assoluto per contenuti di azoto inferiori al 3%;
- 1% in valore relativo per contenuti di azoto fra 3% e 6%;
- 0,06 in valore assoluto per contenuti di azoto superiori al 6%.

METODO MANUALE DI RIFERIMENTO PER IL DOSAGGIO DEL GLUTINE SECCO NEL GRANO E NEGLI SFARINATI

1. Scopo e campo di applicazione

Questa norma specifica un metodo per la determinazione del contenuto in glutine negli sfarinati di grano tenero e duro. E' applicabile a tutti i grani commerciali previa eliminazione delle impurezze, ed ai loro sfarinati.

2. Definizione

Il glutine del frumento è una sostanza plastico-elastica costituita da gliadine e glutenine, e ottenuta con il metodo specificato in questa norma.

3. Principio

Si prepara un impasto mescolando lo sfarinato derivante dalla macinazione del campione di grano pulito con una soluzione tamponata di cloruro sodico; il glutine umido è isolato per lisciviazione e lavaggio dell'impasto con la stessa soluzione, seccato e pesato.

4. Reattivi

I reattivi usati devono essere di qualità e purezza analitica riconosciuta. L'acqua usata deve essere distillata o deionizzata o di purezza equivalente.

4.1. Soluzione di cloruro sodico 20 g/l, tamponata a pH 5,95. Sciogliere in un matraccio tarato da 1 litro 20 g di cloruro sodico in acqua, aggiungere 0,754 g di KH_2PO_4 e 0,246 g di $Na_2HPO_4 \cdot H_2O$ e portare a volume. La soluzione deve essere preparata di fresco ogni giorno.

4.2. Soluzione di iodio circa 0,001 N.

5. Apparecchiatura

5.1. Macinello da laboratorio; deve essere in grado di macinare il campione alla finezza prescritta senza eccessivo riscaldamento e senza assorbimento di umidità;

5.2. Setaccio a maglie di luce 325 µm;

5.3. Setaccio a maglie di luce 250 µm,

5.4. Mortaio di porcellana verniciata all'interno, diametro 100-150 mm;

5.5. Spatola da 180-200 mm;

5.6. Guanti di caucciù a superficie liscia;

5.7. Lastra di vetro circa 400 x 400 mm;

5.8. Piastre "pressaglutine", costituite da due piastre di materiale poroso disposte in modo che la distanza tra di esse sia di 2,4 mm;

5.9. Piastrina di metallo o di vetro, o vetro da orologio;

5.10. Stufa termostatabile;

5.11. Bilancia con precisione di 0,01 g.

6. Campionamento

Preparare un campione di laboratorio in accordo con le norme vigenti per i prodotti in questione.

7. Procedimento

7.1. Macinazione del grano pulito.
Passare al macinello (5.1) 50-60 g di grano pulito facendo attenzione a che il macinato non superi la temperatura di 30°C, fino ad ottenere uno sfarinato che passa almeno per il 95% sotto il setaccio di 325 µm (5.2).

7.2. Preparazione dell'impasto.
Dopo accurata omogeneizzazione del macinato, comprendente anche il residuo trattenuto dalle maglie del setaccio, pesarne esattamente 20 g, ed impastarli nel mortaio (5.4) con 12 ml di soluzione salina (4.1) a 20°C, aggiunta goccia a goccia agitando continuamente con la spatola (5.5). Comprimere la miscela con la spatola formando una palla d'impasto, evitando perdite di materiale: i residui che aderiscono alle pareti del mortaio e alla spatola vanno riuniti alla palla d'impasto.
Omogeneizzare l'impasto arrotolandolo con il palmo della mano, protetta con il guanto di caucciù (5.6), sulla lastra di vetro (5.7), fino a fargli assumere una forma allungata di 7-8 cm, e ripiegando poi le due estremità verso il centro. Ripetere questa operazione 5 volte, fino ad avere un impasto omogeneo di forma sferica.

7.3. Riposo dell'impasto.
Lasciar riposare l'impasto così preparato per 45 minuti all'aria, coperto da un bicchiere.

7.4. Lisciviazione dell'impasto.
Sottoporre la palla d'impasto a lisciviazione sotto un sottile getto della soluzione (4.1), manipolandola opportunamente in modo da favorire l'asportazione dell'amido e delle parti cruscali; prima di iniziare l'operazione sistemare al disotto il setaccio a maglie di 250 µm (5.3), in modo che la soluzione di lisciviazione vada a cadere su di esso, permettendo così il recupero di eventuali particelle di glutine asportate dal getto. La durata dell'operazione è di circa 15-20 minuti, il tempo comunque necessario ad avere una completa asportazione dell'amido (verificare che la soluzione di iodio (4.2) non colori più l'acqua di lisciviazione) e delle parti cruscali (verificare visivamente).

7.5. Riposo del glutine.
Lasciar riposare la pallina del glutine così isolato per 5 minuti all'aria, coperta da un bicchiere.

7.6. Asciugatura del glutine.
Per eliminare l'acqua eccedente, strizzare dapprima a mano la pallina di glutine, ripetendo l'operazione 5 volte; completare quindi l'operazione con le piastre "pressaglutine" (5.8), comprimendo il glutine formato a lamella 10 volte, cambiando la posizione fra le piastre tra un'operazione e l'altra. L'eliminazione dell'acqua si può considerare terminata quando la pallina di glutine comincia ad incollarsi alle dita o alla piastra.

7.7. Essiccamento del glutine.
Schiacciare la pallina di glutine sulla piastrina (5.9) precedentemente pesata e mettere il tutto in stufa (5.10) a 105°C fino a peso costante; pesare dopo raffreddamento in essiccatore e detrarre il peso della piastrina.

8. Espressione dei risultati

Calcolare il contenuto in glutine secco, espresso su 100 grammi di sostanza secca, con la seguente formula:

$$\text{Glutine secco \% s.s.} = m \cdot 5 \cdot \frac{100}{100 - U}$$

dove: m = massa del glutine secco (7.7);
U = umidità percentuale del campione.

9. Ripetibilità

La differenza tra i risultati di due determinazioni effettuate simultaneamente o in rapida successione dallo stesso analista non deve essere superiore a 0,1 in valore assoluto.

DETERMINAZIONE MECCANICA DEL CONTENUTO IN GLUTINE SECCO NEGLI SFARINATI

1. Scopo e campo di applicazione

Questa norma specifica un metodo per la determinazione meccanica del contenuto in glutine degli sfarinati di grano tenero e duro; è applicabile a semole e farine, ma non a sfarinati di grano integrali.

2. Riferimenti

ICC n. 137.

3. Definizione

Il glutine degli sfarinati di grano è una sostanza plastico-elastica costituita da gliadine e glutenine e ottenuta con il metodo specificato in questa norma.

4. Principio

Si prepara un impasto da un campione di sfarinato aggiungendo una soluzione tamponata di cloruro sodico; il glutine umido è isolato lavando questo impasto con la predetta soluzione mediante l'ausilio di adatta apparecchiatura.

L'acqua residua aderente al glutine è rimossa per centrifugazione e il residuo viene essiccato e pesato.

5. Reattivi

I reattivi usati devono essere di qualità e purezza analitica riconosciuta. L'acqua usata deve essere distillata o deionizzata o di purezza equivalente.

5.1. Soluzione di cloruro sodico 20 g/l, tamponata a pH 5.95. Sciogliere in un matraccio tarato da 1 litro 20 g di cloruro sodico in acqua, aggiungere 0.754 g di KH_2PO_4 e 0.246 g di $Na_2HPO_4.H_2O$ e portare a volume. La soluzione deve essere preparata di fresco ogni giorno.

6. Apparecchiatura

Normale attrezzatura da laboratorio.

6.1. Apparecchio automatico in grado di fornire risultati confrontabili con quelli ottenuti con il metodo manuale. A titolo indicativo si descrive l'apparecchio "Glutomatic", con controllo elettronico delle varie fasi, costituito da:

6.1.1. Impastatore standardizzato (Figg. 1 e 2);
6.1.2. Camera di lavaggio standardizzata, diametro 60 mm, con setacci metallici rimovibili a maglie di 80 µm (Fig. 1);

6.1.3. Centrifuga standardizzata, 6000 giri/min., con un tempo di corsa e frenata programmato a 1 minuto, comprendente due setacci centrifuga standardizzati a maglie di 500 µm (Fig. 3);

6.1.4. Pipetta automatica regolabile;

6.1.5. Piastre riscaldanti.

6.2. Bilancia con precisione di 0.01 g.

7. **Campionamento**

Preparare un campione di laboratorio in accordo con le norme vigenti per i prodotti in questione.

8. **Procedimento**

8.1. Pesare 10 g dello sfarinato da analizzare, con un'accuratezza di 0.01 g, e trasferirli senza perdite nella camera di lavaggio (6.1.2). Assicurarsi che il setaccio in fondo alla camera di lavaggio non sia completamente asciutto. Dopo ogni determinazione pulire il setaccio sotto un potente getto d'acqua.

8.2. Preparazione dell'impasto.
Aggiungere la soluzione (5.1) con la pipetta (6.1.4). In condizioni normali la quantità di soluzione da usare è compresa tra 4.9 e 5.2 ml. In caso di campioni con contenuto di glutine notevolmente basso o notevolmente alto determinare l'assorbimento della soluzione con un test preliminare.
Accendere l'apparecchio. La preparazione dell'impasto nella camera di lavaggio avviene in 20 secondi.

8.3. Lavaggio.
La temperatura della soluzione di lavaggio 5.1 deve essere di 20 ± 2°C. Il lavaggio dura approssimativamente 5 minuti e il consumo di soluzione è di circa 250 ml.

8.4. Centrifugazione
Dopo la fine della procedura di lavaggio rimuovere dalla camera la pallina di glutine ed allontanare per centrifugazione l'acqua che ad essa aderisce. A tale scopo dividere la pallina di glutine in due parti e pressarla delicatamente sui perni di tenuta della centrifuga (6.1.3). Dopo una centrifugazione di 60 secondi, rimuovere il glutine dalla centrifuga.

8.5. Porre la pallina di glutine tra le due piastre riscaldanti (6.1.5) per 4 minuti alla temperatura di 150°C. Pesare il prodotto essiccato dopo raffreddamento di 5 minuti in essiccatore.

9. Espressione dei risultati

Calcolare il contenuto in glutine secco, espresso su 100 g di sostanza secca, con la seguente formula:

$$\text{Glutine secco \% s.s.} = m \quad 10 \cdot \frac{100}{100 - U}$$

dove m = massa del glutine secco (8.5.);
U = umidità percentuale del campione.

10. Ripetibilità

La differenza tra i risultati di due determinazioni effettuate simultaneamente o in rapida successione dallo stesso analista non deve superare 0,04 in valore assoluto.

Fig. 1

sezione

Fig. 2

braccio impastatore

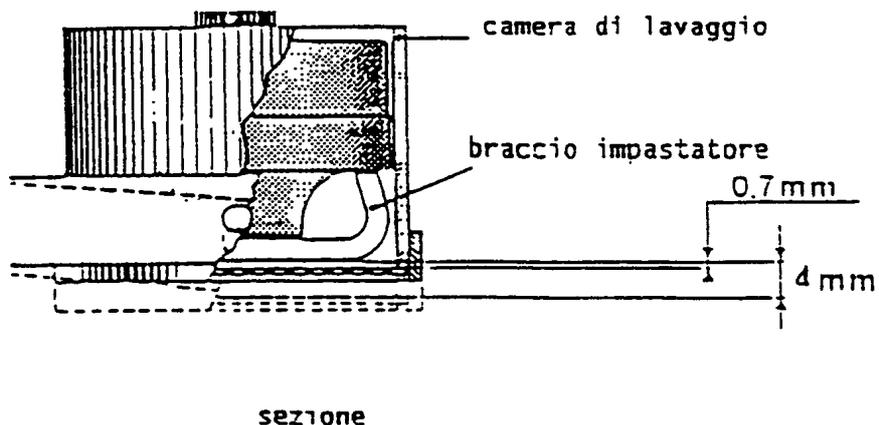
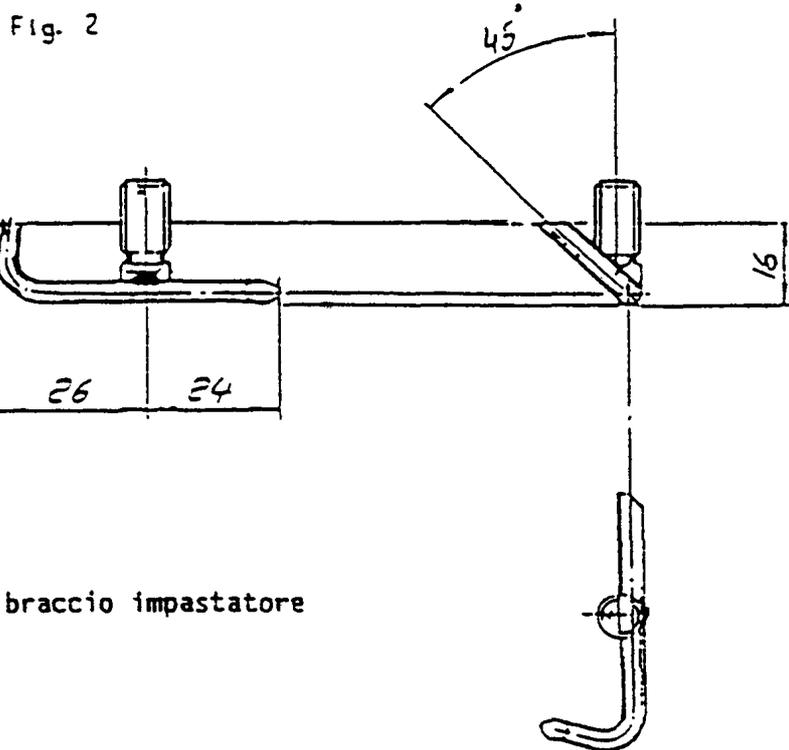
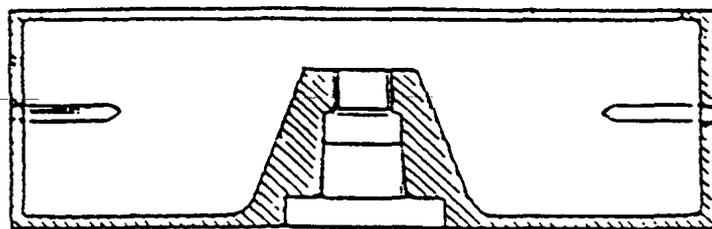



Fig. 3

sezione della centrifuga

DETERMINAZIONE DELLE SOSTANZE GRASSE TOTALI - METODO PER IDROLISI ACIDA

1. Scopo e campo di applicazione

Il metodo si applica alla determinazione delle sostanze grasse presenti nei cereali, nei prodotti derivati e di trasformazione.

2. Riferimenti

A.O.A.C. Official Methods of Analysis, 15ª ed. (1990), 922, 06.

3. Definizione

Per sostanze grasse totali si intende il contenuto totale delle sostanze ottenute per idrolisi ed estrazione secondo le modalità prescritte.

4. Principio

Il prodotto macinato viene idrolizzato con soluzione diluita di acido cloridrico. Le sostanze grasse vengono estratte con una miscela di volumi uguali di etere etilico ed etere di petrolio e pesate dopo eliminazione del solvente.

5. Reattivi

Tutti i reattivi usati devono essere di qualità e purezza analitica riconosciuta.

5.1. Alcool etilico 95°;
5.2. Soluzione di acido cloridrico: mescolare 250 ml di acido cloridrico al 37% con 110 ml di acqua distillata;
5.3. Etere etilico;
5.4. Etere di petrolio (intervallo di ebollizione 40°- 60°C);
5.5. Miscela di volumi uguali di 5.3 e 5.4;
5.6. Solfato sodico anidro.

6. Apparecchiatura

6.1. Macinello da laboratorio;
6.2. Bagnomaria;
6.3. Stufa termostatata;
6.4. Bilancia analitica;
6.5. Imbuto filtrante, diametro 6 cm, porosità 2;
6.6. Materiale da laboratorio di uso corrente.

7. Campionamento

Preparare un campione di laboratorio in accordo con le norme vigenti per i prodotti in questione.

8. Procedimento

Effettuare, in parallelo con la determinazione sul campione, una prova in bianco.

8.1. Idrolisi

8.1.1. Pesare esattamente circa 2 g di prodotto finemente macinato ed introdurli in una beuta da 100 ml; aggiungere 2 ml di alcool etilico (5.1) e mescolare per agitazione.

8.1.2. Aggiungere 10 ml della soluzione di acido cloridrico (5.2).

8.1.3. Porre la beuta nel bagnomaria a 70-80 C° e mantenervela per circa 30 minuti, agitando spesso, fino ad idrolisi completa.

8.2. Estrazione

8.2.1. Raffreddare ed aggiungere 10 ml di alcool etilico (5.1), trasferire in un cilindro da 100 ml munito di tappo a smeriglio, lavando la beuta con tre porzioni di etere etilico (5.3) per un totale 25 ml; agitare.

8.2.2. Aggiungere 25 ml di etere di petrolio (5.4) ed agitare di nuovo.

8.2.3. Lasciar separare le fasi e trasferire lo strato etereo in un pallone da 200 ml con collo a smeriglio, precedentemente tarato, filtrando attraverso l'imbuto con setto poroso (6.5) contenente uno strato di solfato sodico anidro (5.6) di circa 10 g.

8.2.4. Estrarre ancora due volte con 25 ml della miscela di etere etilico ed etere di petrolio (5.5), agitando ogni volta e lasciando separare le fasi; riunire le fasi nel pallone.

8.2.5. Portare quasi a secco la frazione eterea raccolta.

8.2.6. Completare l'eliminazione del solvente tenendo il pallone in stufa (6.3) a 100 C° fino a peso costante (circa 75 minuti).

8.2.7. Pesare il pallone dopo raffreddamento all'aria.

9. Espressione del risultato

Calcolare il contenuto in sostanze grasse, espresso su 100 grammi di sostanza secca, mediante la formula:

$$\text{Sostanze grasse \% s.s.} = \frac{(P - P_0) - (B - B_0)}{C} \cdot 100 \cdot \frac{100}{(100 - U)}$$

dove:

P_0 = peso del pallone vuoto;
P = peso del pallone con l'estratto;
B_0 = peso del pallone vuoto usato per il bianco;
B = peso del pallone dopo la prova in bianco;
C = peso del campione;
U = umidità percentuale del campione.

10. Ripetibilità

La differenza tra i risultati di due determinazioni, effettuate simultaneamente o in rapida successione dallo stesso analista non deve essere superare, in valore assoluto, i seguenti valori:

0,1 per contenuti in sostanze grasse fino al 3%;
0,2 per contenuti in sostanze grasse superiori al 3%.

DETERMINAZIONE DEL CONTENUTO IN STEROLI NELLE PASTE ALIMENTARI PREPARATE CON AGGIUNTA DI UOVA

1. Scopo e campo di applicazione

Il metodo si applica alla determinazione degli steroli contenuti nelle paste alimentari all'uovo, al fine della valutazione del numero di uova impiegate nella loro preparazione.

2. Riferimenti

A.O.A.C. Official Methods of Analysis, 15° ed., (1990), 954, 03.

3. Definizione

Gli steroli rappresentano la frazione lipidica precipitata con digitonina secondo il metodo descritto.

4. Principio

L'insaponificabile ottenuto dalla pasta all'uovo viene estratto con acetone, e gli steroli, precipitati dall'estratto acetonico con digitonina, sono determinati per pesata come digitonide.

Per il calcolo del numero di uova: degli steroli totali così ottenuti si considera lo 0,050% su sostanza secca proveniente dallo sfarinato, e lo 0,025% su sostanza secca proveniente da un uovo del peso medio di 50 g aggiunto a 1 kg di sfarinato.

5. Reattivi

Tutti i reattivi usati devono essere di qualità e purezza analitica riconosciuta.

5.1. Soluzione di acido cloridrico al 37% diluita 1:1 in acqua distillata;
5.2. Idrato di potassio in pastiglie;
5.3. Alcool etilico al 95%;
5.4. Etere etilico;
5.5. Soluzione acquosa all'1% di idrato di potassio;
5.6. Acetone;
5.7. Digitonina;
5.8. Alcool etilico all'80%;
5.9. Soluzione di digitonina: sciogliere al momento dell'uso 40 mg di digitonina (5.7) in 5 ml di alcool etilico (5.8); scaldare a 40-50°C per facilitare la dissoluzione.

6. Apparecchiatura

6.1. Macinello da laboratorio;
6.2. Setaccio con maglie di luce 0,25 mm;
6.3. Pallone a fondo piano con collo a smeriglio da 300 ml;

6.4. Bagnomaria;
6.5. Refrigerante a ricadere;
6.6. Imbuto separatore da 500 ml;
6.7. Imbuto separatore da 250 ml;
6.8. Stufa termostatata;
6.9. Pompa per il vuoto;
6.10. Filtri con setto di vetro poroso (porosità 2);
6.11. Beuta da vuoto da 100 ml;
6.12. Crogiolo di vetro a fondo poroso (porosità 3);
6.13. Carta da filtro di porosità media;
6.14. Essiccatore;
6.15. Bilancia analitica;
6.16. Evaporatore rotante.

7. Procedimento

7.1. Idrolisi del campione

7.1.1. Macinare il campione di pasta al macinello (6.1) in modo che il macinato passi attraverso il setaccio (6.2);
7.1.2. Pesare esattamente circa 5 g del campione macinato ed introdurli nel pallone (6.3); aggiungere 20 ml della soluzione di acido cloridrico (5.1);
7.1.3. Scaldare il pallone, con refrigerante a ricadere (6.5), su bagnomaria bollente per 30 minuti, agitando spesso;
7.1.4. Raffreddare sotto il rubinetto e, durante il raffreddamento, aggiungere 20 g di idrato di potassio in pastiglie (5.2) a piccole porzioni, in modo da evitare l'ebollizione del liquido ed eventuali perdite per spruzzi;
7.1.5. Raffreddare completamente ed aggiungere 20 ml di alcool etilico (5.3), lavando le pareti del pallone; scaldare di nuovo su bagnomaria bollente per 45 minuti, con refrigerante a ricadere (6.5), agitando spesso;
7.1.6. Togliere il pallone dal bagnomaria, aggiungere 25 ml di acqua fredda, mescolare e raffreddare.

7.2. Estrazione

7.2.1. Aggiungere 50 ml di etere etilico (5.4), agitare e trasferire in un imbuto separatore da 500 ml (6.6).
7.2.2. Lavare il pallone successivamente con 25 ml e 10 ml di etere etilico, e con 50 ml della soluzione di idrato di potassio all'1% (5.5), aggiungendo i lavaggi nell'imbuto separatore.
7.2.3. Ruotare l'imbuto separatore per circa un minuto, evitando la formazione di emulsioni; lasciar separare le fasi.
7.2.4. Trasferire lo strato inferiore in un imbuto separatore da 250 ml (6.7), trattenendo l'eventuale emulsione.

7.2.5. Lavare lo strato etereo rimasto nel primo imbuto separatore con 5 ml della soluzione di idrato di potassio (5.5) e raccogliere nuovamente la fase acquosa nel secondo imbuto separatore.
7.2.6. Versare 25 ml di etere etilico nel secondo imbuto separatore ed agitare per un minuto.
7.2.7. Dopo conveniente riposo, eliminare lo strato inferiore e travasare la fase eterea nel primo imbuto separatore, lavando il secondo con 10 ml di etere.
7.2.8. Lavare la soluzione eterea per tre volte con 50 ml della soluzione di idrato di potassio (5.5), trattenendo ancora nell'imbuto separatore l'eventuale emulsione.
7.2.9. Lavare per altre due volte con 50 ml di acqua distillata.
7.2.10. Raccogliere la soluzione eterea nel pallone (6.3) e lavare tre volte l'imbuto separatore con 5 ml di etere, aggiungendo i lavaggi nel pallone.
7.2.11. Evaporare l'estratto nel pallone su bagnomaria o con evaporatore rotante (6.16), completando l'essiccamento in stufa (6.8) a 100°C per 30 minuti.

7.3. Precipitazione e determinazione

7.3.1. Sciogliere il residuo in 5 ml di acetone.
7.3.2. Filtrare sotto vuoto attraverso il filtro con setto poroso (6.10) raccogliendo nella beuta da vuoto (6.11); lavare tre volte con 5 ml di acetone, curando di non superare in totale i 20 ml.
7.3.3. Aggiungere la soluzione di digitonina (5.9), agitando leggermente, quindi lasciar riposare per 30 minuti.
7.3.4. Aggiungere 25 ml di acqua riscaldata a 60°C e lasciare raffreddare a temperatura ambiente.
7.3.5. Introdurre nel crogiolo a fondo poroso (6.12) un dischetto di carta da filtro (6.13) che ne copra esattamente il fondo (allo scopo di facilitare il distacco del precipitato dopo la fine dell'analisi). Essiccare in stufa a 100°C, raffreddare e pesare.
7.3.6. Filtrare il precipitato di digitonide attraverso il crogiolo, lavando parecchie volte la beuta con pochi ml di acetone, e curando di recuperare tutto il precipitato aderente alle pareti.
7.3.7. Lavare il precipitato tre volte con 5 ml di acetone e due volte con 5 ml di etere.
7.3.8. Essiccare in stufa a 100 °C per 45 minuti, raffreddare e pesare.

8. Espressione dei risultati

8.1. Calcolare la quantità di steroli su 100 g di sostanza secca mediante la formula:

$$\text{Steroli \% s.s.} = \frac{(p - p_0) \cdot 100}{c} \cdot \frac{100}{100 - U} \cdot 0{,}243$$

dove:

p_0 = peso del crogiolo vuoto;
p = peso del crogiolo + precipitato;
c = peso del campione;
U = umidità percentuale del campione;
0,243 = rapporto steroli/digitonide.

8.2. Calcolare il numero di uova per kg di sfarinato mediante la formula:

$$N = \frac{S - 0{,}050}{0{,}025}$$

dove:

N = numero di uova;
S = contenuto di steroli nella pasta, % s.s.;
0,050 = contenuto medio di steroli nello sfarinato, % s.s.;
0,025 = quantità media di steroli, % s.s., derivante dall'aggiunta di un uovo del peso di 50 g per chilogrammo di sfarinato.

9. Ripetibilità

La differenza tra i risultati di due determinazioni, effettuate simultaneamente o in rapida successione dallo stesso analista, non deve superare il 3%.

DETERMINAZIONE DEL CONTENUTO IN FIBRA ALIMENTARE TOTALE NEI CEREALI E DERIVATI

1. Scopo e campo di applicazione

Il metodo è applicabile alla determinazione quantitativa del contenuto in fibra alimentare totale negli sfarinati dei cereali e nei prodotti derivati.

2. Riferimenti

A.O.A.C. Official Methods of Analysis XV ed. (1990), 985, 29.

3. Definizione

Viene definita fibra alimentare l'insieme delle sostanze commestibili di origine vegetale che di norma non sono idrolizzate dagli enzimi secreti dall'apparato digerente dell'uomo.

4. Principio

Il campione viene enzimaticamente digerito in presenza di alfa-amilasi stabile al calore, proteasi ed amiloglucosidasi, in modo da rimuovere le proteine e l'amido; dopo precipitazione con etanolo, il residuo viene filtrato ed essiccato. Il peso di questo residuo, detratte le ceneri e le rimanenti proteine, costituisce la fibra alimentare totale.

5. Reattivi

5.1. Alfa-amilasi stabile al calore (es. Termamyl; da Bacillus licheniformis, att. appr. 1500 U/ml),

5.2. Proteasi (es. Subtilisin Carlsberg, da Bacillus licheniformis, att. appr. 10 U/mg di solido). Preparare una soluzione di 50 mg in 1 ml di tampone fostato (5.4) subito prima dell'uso;

5.3. Amiloglucosidasi da Aspergillus niger, att. appr. 3000 U/ml;

5.4. Tampone fosfato 0.08 M, pH 6.0.
Sciogliere in 700 ml di acqua distillata 1,40 g di Na_2HPO_4 anidro (o 1,75 g di biidrato) e 9,68 g di NaH_2PO_4 monoidrato (o 10,94 g di biidrato). Portare il volume a 1 litro e aggiustare il pH a 6,0 con aggiunte di NaOH o H_3PO_4;

5.5. NaOH 0,275 N.
Sciogliere 11,0 g di NaOH in acqua distillata e portare ad 1 litro;

5.6. HCl 0,325 N:
Diluire 28,8 ml di HCl 37% ad 1 litro con acqua distillata;

5.7. Etanolo 95% (v/v);

5.8. Etanolo 78% (v/v).
Porre in un matraccio tarato da 1 litro 207 ml di acqua distillata; portare a volume con etanolo 95%, miscelare e portare di nuovo a volume, se necessario, con etanolo 95%;

5.9. Celite 545 trattata con acido cloridrico, lavata ed essiccata o farina fossile analoga;

5.10. Acetone per analisi;

5.11. Etere etilico per analisi.

6. **Apparecchiatura**

6.1. Bilancia analitica con precisione di 0,1 mg.
6.2. pHmetro.
6.3. Macinello da laboratorio.
6.4. Bagnomaria.
6.5. Bagnomaria termostatato a 60°C con agitatore.
6.6. Pompa per vuoto.
6.7. Muffola per incenerimento a 525°C.
6.8. Crogioli filtranti porosità 2 (40-60 µm).
6.9. Bicchieri a forma alta da 600 ml.
6.10. Micropipette da 100 e 300 µl.
6.11. Essiccatori da laboratorio.
6.12. Stufa da vuoto.
6.13. Beute da vuoto.

7. **Campionamento**

Preparare un campione da laboratorio secondo le norme vigenti per i prodotti in questione.

8. **Procedimento**

8.1. Allestire un bianco, sul quale verranno eseguite tutte le operazioni a partire dal punto 8.4, per determinare il contributo dei reagenti al peso del residuo.

8.2. Se il campione contiene una quota lipidica superiore al 10%, sgrassare lavando per tre volte con 25 ml di etere etilico (5.11). Della quantità di grasso estratto dovrà essere tenuto conto nell'espressione finale del risultato.

8.3. Omogenizzare accuratamente il campione e seccarlo per una notte in stufa sotto vuoto a 70°C, o in stufa normale a 105°C; quindi raffreddare in essiccatore e macinare a finezza inferiore a 300 µm. Essiccare di nuovo brevemente in stufa e conservare in essiccatore fino al momento della pesata.

8.4. Per ogni determinazione (il valore finale deve risultare dalla media di almeno due determinazioni) pesare in doppio circa 1 g di campione (le due pesate non devono differire di più di 20 mg) e introdurlo in bicchiere da 600 ml pretarato, unitamente a 50 ml di tampone fosfato (5.4) e a 100 µl di alfa-amilasi (5.1), miscelando accuratamente. Introdurre i bicchieri, coperti con un foglio di alluminio, nel bagnomaria bollente (6.4) e tenerveli per 15 minuti oltre il tempo necessario a raggiungere, nella sospensione, la temperatura di 95-100°C, agitando delicatamente ogni 5 minuti.

8.5. Raffreddare fino a temperatura ambiente e portare il pH a 7,5 ± 0,2 con NaOH 0,275 N (5.5); aggiungere 0,1 ml della soluzione di proteasi (5.2), miscelare accuratamente ed incubare per 30 minuti in bagnomaria a 60°C (6.5) con agitazione continua.

8.6. Raffreddare fino a temperatura ambiente e portare il pH a 4,0 - 4,6 con HCl 0,325 N (5.6); aggiungere 300 ul di amiloglucosidasi (5.3), miscelare accuratamente, coprire il bicchiere con un foglio di alluminio ed incubare per 30 minuti in bagnomaria a 60°C (6.5) con agitazione continua.

8.7. Preparare i crogioli trattandoli come segue: collocare in ciascun crogiolo 0,5 g di celite (5.9), condizionare in muffola a 525°C per 1 ora, raffreddare in essiccatore e pesare con precisione di 0,1 mg; prima di eseguire la filtrazione del campione, ridistribuire la celite nel crogiolo, usando alcuni millilitri di etanolo al 78% (5.8) e, mediante aspirazione, formare un letto di filtrazione che permetta poi una facile rimozione del materiale.

8.8. Portare il peso della miscela enzimatica nel bicchiere a 100 g con acqua distillata.

8.9. Aggiungere 400 ml di etanolo al 95% (5.7) preriscaldato a 60°C (misurare il volume dopo il riscaldamento) e lasciar precipitare per 1 ora a temperatura ambiente.

8.10. Filtrare attraverso il crogiolo in beuta da vuoto; qualora vi fossero difficoltà nella filtrazione, può essere opportuno rimuovere la pellicola, che si forma sul fondo del crogiolo, con l'ausilio di una bacchetta o applicando saltuariamente una contropressione. Lavare il residuo tre volte con 20 ml di etanolo al 78%, due volte con 10 ml di etanolo al 95% e due volte con 10 ml di acetone (5.10).

8.11. Essiccare i crogioli per una notte a 70°C in stufa sotto vuoto o a 105°C in stufa ad aria.

8.12. Raffreddare in essiccatore e pesare con precisione di 0,1 mg; sottrarre la tara del crogiolo con la celite e registrare il peso del residuo.

8.13. Determinare su uno dei residui le proteine usando il metodo di Kjehldal, con fattore 5,70 per la conversione dell'azoto in proteina.

8.14. Incenerire il secondo residuo in muffola per 5 ore a 525°C; raffreddare in essiccatore e pesare con precisione di 0,1 mg. Sottrarre la tara del crogiolo con la celite per determinare le ceneri.

9. **Espressione dei risultati**

9.1. Valore del bianco:

	a		b		c		d	
Tara (crogiolo + celite)								
Tara + residuo								
Peso del residuo	R_1	R_2	R_1	R_2	R_1	R_2	R_1	R_2
Proteine (P)								
Tara + ceneri								
Ceneri (A)								
Bianco								

$$\text{Bianco} = \frac{R_1 + R_2}{2} - P - A$$

9.2. Campione

	1		2		1		2	
Peso del campione	m_1	m_2	m_1	m_2	m_1	m_2	m_1	m_2
Tara (crogiolo + celite)								
Tara + residuo								
Peso del residuo	R_1	R_2	R_1	R_2	R_1	R_2	R_1	R_2
Proteine (P)								
Tara + ceneri								
Ceneri (A)								
Bianco (B)								
Fibra alimentare totale %								

$$\text{Fibra alimentare totale \% s.s.} = \frac{\dfrac{R_1 + R_2}{2} - P - A - B}{\dfrac{m_1 + m_2}{2}} \cdot 100$$

9.3. Ripetibilità
La differenza tra i risultati di due determinazioni effettuate simultaneamente o in rapida successione dallo stesso analista non deve superare:
- il 15% del valore aritmetico medio per quantità di fibra alimentare totale fino al 4,5%;
- il 10% per quantità di fibra alimentare totale superiori al 4,5%.

METODO PER LA DETERMINAZIONE DELL'ACIDO ASCORBICO (VITAMINA C) NELLE FARINE

1. Scopo e campo di applicazione

Il metodo é applicabile alla determinazione dell'acido ascorbico (vitamina C) nelle farine, in assenza di altre sostanze riducenti.

2. Riferimenti

A.O.A.C. Official Methods of Analysis, 15° ed. (1990), 967, 21.

3. Principio

L'acido ascorbico riduce l'indicatore di ossido-riduzione 2,6-diclorofenoloindofenolo al leucoderivato incolore; al punto finale, l'iniziale eccesso di indicatore colora in rosa la soluzione in ambiente acido.

L'estrazione e la titolazione vengono effettuate in presenza di acido metafosforico ed acido acetico, per mantenere l'acidità più adatta alla reazione.

4. Apparecchiature

4.1. Bilancia analitica.
4.2. Centrifuga.
4.3. Tubi per centrifuga da 100 ml.
4.4. Buretta graduata da 25 ml - 1/20.
4.5. Omogeneizzatore Ultraturrax o equivalente.

5. Reattivi

5.1. Soluzione di estrazione.
Sciogliere, agitando, 15 g di acido metafosforico in 40 ml di acido acetico glaciale e 200 ml di acqua distillata in un matraccio tarato da 500 ml. Portare a volume e filtrare su filtro a pieghe. Conservare in frigorifero; preparare di fresco ogni otto giorni.

5.2. Soluzione standard di acido ascorbico.
Pesare esattamente 100 mg di acido ascorbico, conservato in essiccatore e al riparo dalla luce, in un matraccio tarato da 100 ml. Sciogliere e portare a volume con la soluzione (5.1) immediatamente prima dell'uso.

5.3. Soluzione standard di 2,6-diclorofenoloindofenolo.

5.3.1. Sciogliere 250 mg di 2.6-diclorofenoloindofenolo sale sodico in 300 ml di acqua distillata a 30-40°C, in un matraccio tarato da 500 ml. Dopo raffreddamento portare a volume e filtrare su filtro a pieghe raccogliendo in bottiglia scura. Conservare in frigorifero e preparare di fresco ogni otto giorni.

5.3.2. In alcuni casi, prodotti di decomposizione già presenti nell'indofenolo, o che si formano in soluzione, possono rendere incerto il punto di viraggio. Controllare aggiungendo, a 15 ml di soluzione, 5 ml di soluzione di estrazione (5.1) contenente un eccesso di acido ascorbico. Se la soluzione ridotta non é praticamente incolore, scartare e preparare di nuovo il reattivo.

5.3.3. Trasferire tre aliquote da 5 ml della soluzione di acido ascorbico (5.2) in matracci conici da 50 ml. Titolare rapidamente con la soluzione standard (5.3) fino a che una colorazione rosa, leggera ma netta, sia persistente per più di 5 secondi. Esprimere il titolo come mg di acido ascorbico/ml di reattivo. Ripetere il titolo quotidianamente, con soluzione di acido ascorbico preparata di fresco.

6. Campionamento

Preparare un campione di laboratorio in accordo con le norme vigenti per i prodotti in questione.

7. Procedimento

7.1. Pesare esattamente circa 5 g del campione in tubo da centrifuga (4.3).
7.2. Stemperare in circa 40 ml di soluzione (5.1), aiutandosi con una bacchetta di vetro.
7.3. Passare all'omogeneizzatore (4.5) per 20 secondi; al termine lavare l'asta dello strumento con la soluzione (5.1).
7.4. Centrifugare a 1000 giri/min. per dieci minuti.
7.5. Travasare il surnatante in un matraccio conico da 250 ml.
7.6. Ripetere l'estrazione e la centrifugazione con altri 40 ml di soluzione (5.1).
7.7. Riunire gli estratti e titolare rapidamente con soluzione (5.3) fino a colorazione rosa persistente per almeno 5 secondi.

8. Calcolo

Calcolare il contenuto di acido ascorbico con la formula:

$$C = \frac{a \cdot k \cdot 100}{P}$$

dove:
C = acido ascorbico mg/100g;
a = ml di soluzione 5.3 impiegati;
k = titolo della soluzione 5.3;
P = peso del campione in grammi.

9. Ripetibilità

La differenza tra i risultati di due determinazioni effettuate simultaneamente o in rapida successione dallo stesso analista non deve essere superiore all'1%.

DETERMINAZIONE DELLE IMPURITA' SOLIDE (FILTH-TEST) NEGLI SFARINATI E NEI PRODOTTI DI TRASFORMAZIONE

1. Scopo e campo di applicazione

La presente norma specifica una metodica di determinazione delle impurità solide nelle farine e nelle semole di cereali e nei loro prodotti di trasformazione.

2. Definizione

Sono definite impurità solide le impurità di origine animale (uova, larve, ninfe o adulti di insetti e loro frammenti, acari e loro frammenti, peli di roditori e loro frammenti, peli di ovini e loro frammenti, peli umani e loro frammenti), di origine vegetale (peli e fibre vegetali e loro frammenti), di origine sintetica (fibre sintetiche e loro frammenti, frammenti di plastica) separate dai prodotti nelle condizioni specificate nella presente norma.

3. Principio

Il campione è sottoposto a digestione acetico-nitrica all'ebollizione; le impurità presenti sono separate per flottazione con alcool e benzina in beuta Wildman e raccolte su carta da filtro mediante filtrazione sotto vuoto con imbuto Buchner.

Il materiale sul filtro viene osservato al microscopio a basso ingrandimento e, se necessario, le impurità vengono raccolte e montate su vetrino con il liquido di Faure per la osservazione al microscopio composto.

4. Reattivi

Tutti i reattivi devono essere di qualità analitica e l'acqua deve essere distillata o deionizzata o di purezza equivalente.

4.1. Acido acetico diluito al 30%;
4.2. Acido nitrico 65% (d^{20} = 1,4);
4.3. Alcool isoamilico;
4.4. Alcool etilico al 60%;
4.5. Benzina purificata o etere di petrolio (intervallo di ebollizione 60-80°C);
4.6. Liquido di Faure, della seguente composizione:

- idrato di cloralio	100 g;
- acqua distillata	150 g;
- glicerina	40 g;
- gomma arabica	60 g.

Filtrare prima dell'uso con una tela da filtro a maglie di apertura 10-11 µm al massimo, resistente agli acidi ed ai solventi (naylon o polietilene).

5. Apparecchiatura

Materiale di laboratorio di uso corrente:

5.1. Cappa aspirante;
5.2. Cristallizzatore o bacinella, capacità 5 litri, di altezza leggermente inferiore al collo della beuta (5.4);
5.3. Ancoretta magnetica;
5.4. Beuta da 1 litro a collo smerigliato;
5.5. Imbuto in vetro per polveri, diametro 10 cm;
5.6. Refrigerante ad aria, altezza 1 m;
5.7. Beuta Wildman da 1 litro;
5.8. Imbuto Buchner, diametro 10 cm, montato su beuta da vuoto;
5.9. Dischi di carta da filtro quadrettata, diametro 10 cm. Qualora non si disponga di dischi quadrettati, è opportuno tracciare sulla carta, con matita a mina dura, un reticolo con linee distanti circa 15 mm, al fine di facilitare l'osservazione al microscopio.
5.10. Cilindri graduati da 500 ml a 50 ml;
5.11. Pipetta graduata da 10 ml;
5.12. Bilancia con precisione di 0.1 g;
5.13. Spatola a manico lungo;
5.14. Microscopio ottico o microscopio stereoscopico con ingrandimenti vicini ai 25x e 50x;
5.15. Microscopio composto, con ingrandimenti 100x, 600x;
5.16. Capsula Petri di 120 mm di diametro;
5.17. Ago fine, in acciaio, montato su manico porta ago;
5.18. Pinzetta in acciaio;
5.19. Agitatore magnetico, riscaldante;
5.20. Pompa da vuoto, che permetta di ottenere una pressione residuale inferiore a 10 mbar;
5.21. Film di protezione estensibile, paraffinato o in materia plastica;
5.22. Zavorra per vetreria.

6. Campionamento

Preparare un campione di laboratorio, del peso minimo di 600 g, secondo le norme vigenti per i prodotti in questione. I campioni di laboratorio vanno conservati a temperatura non superiore ai 10°C.

Le apparecchiature usate per la campionatura devono essere accuratamente pulite dopo ogni operazione, ad esempio con aria compressa filtrata ed evitando l'uso di materiali tessili.

7. Procedimento

Le manipolazioni devono essere effettuate in un locale pulito, al riparo dalle correnti d'aria, o meglio sotto una cappa non ventilata.

Dopo l'utilizzazione, il materiale deve essere lavato con acqua filtrata e, dopo asciugatura, ricoperto con un film di protezione.

7.1. Prelievo del campione per analisi
Omogeneizzare il campione per laboratorio all'interno del suo contenitore con l'aiuto della spatola (5.13); pesare 50 g di campione prelevandolo in più punti e introdurli nella beuta (5.4) mediante l'imbuto (5.5). Effettuare due determinazioni per ogni campione di laboratorio.

7.2. Idrolisi acetico-nitrica
Deporre un'ancoretta magnetica nella beuta insieme al campione. Aggiungere, sotto cappa aspirante (5.1), 300 ml di acido acetico (4.1), 15 ml di acido nitrico (4.2) e 3-4 ml di alcool isoamilico (4.3) come antischiuma. Innestare il refrigerante (5.6) sulla beuta per evitare la dispersione dei vapori, mettere in funzione l'agitatore e la piastra riscaldante portando gradatamente all'ebollizione. Lasciar bollire per 5-10 minuti, fino ad idrolisi completa del campione.
Ricoprire la beuta con il film di protezione (5.21), introdurla, appesantita con la zavorra (5.22), nel cristallizzatore (5.2), raffreddandola con una circolazione di acqua fredda fino a temperatura ambiente.

7.3. Separazione delle impurità
Trasferire la soluzione nella beuta Wildman (5.7) e sciacquare ripetutamente con alcool (4.4) la beuta in cui è avvenuta la digestione, al fine di rimuovere le impurità eventualmente rimaste aderenti alle pareti; trasferire i lavaggi nella beuta Wildman. Aggiungere ancora nella beuta Wildman alcool al 60% fino a un volume di circa 700 ml, poi 30-40 ml di benzina (4.5) e di nuovo alcool al 60% fino a raggiungere i 2/3 del collo della beuta. Agitare vigorosamente e lasciar riposare per 5 minuti; agitare di nuovo leggermente, ad intervalli di 1 minuto, per favorire la flottazione, nel collo della beuta, della benzina e delle impurità presenti, che vengono trascinate in superficie.

7.4. Filtrazione
Mediante il tappo di gomma intrappolare nel collo della beuta Wildman lo strato di benzina che contiene la maggior parte delle impurità presenti e versarlo nell'imbuto Buchner (5.8) nel quale, mediante la pinzetta (5.18), è stato posto un disco di carta da filtro (5.9) bagnato con acqua distillata, e fatto aderire al fondo mediante aspirazione.
Aggiungere nuovamente benzina alla soluzione contenuta nella beuta Wildman, agitare, lasciar riposare per 5 minuti, intrappolare e filtrare lo strato superiore nello stesso imbuto, sempre sotto aspirazione.
Ripetere una terza volta, con le stesse modalità, le operazioni di flottazione e di filtrazione. Asciugare sottovuoto la carta da filtro, estrarla dall'imbuto con l'aiuto della pinzetta (5.18) e deporla in una capsula Petri (5.16).

7.5. Esame microscopico
Esaminare la carta da filtro al microscopio stereoscopico (5.14), procedendo all'identificazione ed al censimento delle impurità presenti, striscia per striscia.
L'operatore deve essere in grado di riconoscere le parti di insetti o di acari dispersi sul filtro in mezzo ai frammenti di pericarpo contenuti, in maggiore o minore quantità, nel campione.
La prima osservazione va fatta a 25x-50x, eventualmente a 75x-80x per le particelle di dubbia identificazione.
L'identificazione dei frammenti può essere facilitata saggiando con un ago (5.17) le differenti materie organiche e sistemandole su una zona pulita del filtro, per meglio confrontarle.
Ove le dimensioni o le caratteristiche delle impurità non consentano ancora il loro riconoscimento, approntare dei preparati microscopici montando i frammenti su un vetrino con il liquido di Faure (4.6), per l'osservazione al microscopio composto (5.15), a più forti ingrandimenti (100x, 600x). E' possibile in questo modo il riconoscimento di impurezze come peli di vertebrati, barbule di uccelli, ecc..
Contare i frammenti identificati per ogni categoria di impurità prevista dal certificato d'analisi.
Le impurità che non sono di origine animale non vengono contate ma indicate nel certificato d'analisi con un commento dettagliato (esempio: fili colorati di materiale sintetico, pezzi metallici, particella minerale ecc.).

8. Espressione dei risultati

Per ogni filtro, annotare il numero delle impurità di origine animale per i seguenti tipi:

- peli di roditori o loro frammenti;
- insetti interi (larve, ninfe o adulti);
- frammenti di insetti (ivi comprese le squame di Lepidotteri), uova di insetti, acari interi e loro frammenti.

Specificare separatamente nelle osservazioni, se necessario, la ripartizione delle impurità animali dell'ultima categoria secondo i tipi seguenti:

- frammenti di insetti;
- uova di insetti;
- squame di Lepidotteri;
- acari interi;
- frammenti di acari.

Se le condizioni di ripetibilità sono soddisfatte (9), esprimere separatamente i risultati dei due prelievi del campione. In caso contrario, effettuare due nuove determinazioni dopo omogeneizzazione del campione di laboratorio.

Nel caso invece si siano trovati almeno un pelo di roditore o un frammento di pelo in uno dei due prelievi del campione, effettuare quattro nuove determinazioni.

Esprimere separatamente i risultati per le sei determinazioni.

9. Ripetibilità

La differenza tra i risultati di due determinazioni effettuate simultaneamente o in rapida successione dallo stesso operatore, non deve essere superiore a 10 frammenti.

10. Certificato di analisi

Nel certificato di analisi devono essere riportate almeno le caratteristiche delle impurità solide indicate nell'allegato A.

Devono, inoltre, essere menzionati tutti i dettagli operativi non previsti nella presente norma o facoltativi e gli eventuali incidenti che possono aver influito sui risultati.

Allegato A (informativo)

Modello del certificato d'analisi

DETERMINAZIONE DELLE IMPURITA' SOLIDE

IDENTIFICAZIONE DEL CAMPIONE

RISULTATI DEI CONTEGGI

Prove di analisi	1	2	3	4	5	6
			se sono presenti peli di roditori			
Pelo di roditore						
Insetti interi						
Frammenti di insetti (squame comprese) o acari interi o pezzi di acari						

a) Commentare:
   - il modo in cui si è operato;
   - lo sviluppo dell'analisi.

b) Per le impurità diverse da quelle animali indicare il numero per ciascun tipo.

Osservazioni:

Data di analisi

DETERMINAZIONE DEI DIFETTI DEL RISO SEMIGREGGIO O LAVORATO

1. Scopo e campo d'applicazione

Determinazione delle materie estranee, delle rotture, dei grani difettosi, degli altri tipi di riso, nel riso (Oryza sativa L.) sotto le forme seguenti: riso semigreggio, riso parboiled semigreggio, riso lavorato, riso parboiled lavorato.

2. Riferimenti

UNI-ISO 7301: 1990. Riso - Caratteristiche qualitative.

Ministero dell'Agricoltura e delle Foreste: D.M. 3 febbraio 1992. Determinazione della denominazione delle varietà di risone e delle corrispondenti varietà di riso e loro attribuzioni al gruppo di appartenenza per l'annata agraria 1990-91.

Regolamento CEE n. 1418/76 del Consiglio del 21 giugno 1976 relativo all'organizzazione comune del mercato del riso.

Legge 18 marzo 1958, n. 325. Disciplina del commercio interno del riso.

3. Definizioni

Alcune delle definizioni di seguito riportate, sebbene di uso generale, possono presentare differenze rispetto a quelle riportate da Leggi o Regolamenti cui il campione in esame è eventualmente soggetto, ed alle quali, nel caso, va fatto riferimento.

3.1. **Riso greggio**: riso vestito della lolla dopo trebbiatura.

3.2. **Riso semigreggio**: riso greggio da cui è stata asportata solo la lolla.
I processi di sbramatura e di movimentazione, particolarmente nel riso parboiled, possono comportare abrasioni del pericarpo.

3.3. **Riso lavorato**: riso ottenuto dopo una operazione di lavorazione che consiste nel togliere al riso semigreggio tutto o parte del pericarpo e del germe.
Esso può essere classificato secondo i gradi di lavorazione seguente:

a) riso semilavorato: riso ottenuto dalla lavorazione del riso semigreggio ma ad un grado non sufficiente per essere considerato riso lavorato - secondo grado;

b) riso lavorato - secondo grado: riso ottenuto dalla lavorazione del riso semigreggio dal quale sono stati asportati una parte del germe, tutti gli strati esterni e gran parte di quelli interni del pericarpo;

c) riso lavorato - primo grado: riso ottenuto dalla lavorazione del riso semigreggio dal quale sono stati asportati quasi tutto il germe, tutti gli strati esterni e gran parte di quelli interni del pericarpo, nonché parte dell'endosperma.

3.4. Riso parboiled: riso nel quale l'amido è stato completamente gelatinizzato per bagnatura con acqua del riso greggio o del riso semigreggio, seguita da un trattamento a caldo e da essiccazione.

3.5. Riso glutinoso: varietà particolari di riso i cui grani hanno aspetto bianco e opaco. L'amido del riso glutinoso è costituito quasi interamente da amilopectina. Ha la tendenza ad ammassarsi dopo la cottura.

3.6. Dimensioni dei grani, delle rotture e dei frammenti

3.6.1. Grano intero: grano senza alcuna parte mancante.

3.6.2. Grano: grano la cui lunghezza è superiore o uguale ai tre quarti della lunghezza media del corrispondente grano intero.

3.6.3. Rottura grossa: parte di grano la cui lunghezza è inferiore ai tre quarti, ma superiore alla metà della lunghezza media del corrispondente grano intero.

3.6.4. Rottura media: parte di grano la cui lunghezza è inferiore o uguale alla metà, ma superiore al quarto della lunghezza media del corrispondente grano intero.

3.6.5. Rottura piccola: parte di grano la cui lunghezza è inferiore o uguale al quarto della lunghezza media del corrispondente grano intero, ma che non passa attraverso un setaccio metallico a fori tondi di 1,4 mm di diametro.

3.6.6. Frammento: parte di grano che passa attraverso un setaccio metallico a fori tondi di 1,4 mm di diametro.

3.7. Materie estranee: materiali estranei organici e non organici, diversi dai grani di riso, interi o rotti:

a) per le materie estranee organiche: grani estranei, lolla, pula, frammenti di paglia, ecc.;

b) per le materie estranee non organiche: pietre, sabbia, terra, ecc.

3.8. Grani danneggiati da calore: grani o parti di grani la cui colorazione naturale è cambiata per l'effetto del calore. Questa categoria comprende i grani o parti di grani che presentano una colorazione gialla dovuta ad alterazione. I grani di riso parboiled in un lotto di riso non parboiled, sono compresi in questa categoria.

3.9. **Grani danneggiati:** grani o parti di grani che mostrano un evidente deterioramento provocato da umidità, predatori o altre cause, ma che non sono grani danneggiati da calore (3.8).

3.10. **Grani immaturi:** grani o parti di grani non maturi e/o mal sviluppati.

3.11. **Grani gessati:** grani o parti di grani, eccetto il riso glutinoso, dei quali almeno i tre quarti della superficie presentano un aspetto opaco e farinoso.

3.12. **Grani rossi:** grani o parti di grani il cui pericarpo presenta una colorazione rossa su più di un quarto della superficie, ma che non sono grani danneggiati dal calore (3.8).

3.13. **Grani striati rossi:** grani o parti di grani che presentano striature rosse la cui lunghezza è superiore o uguale alla metà della lunghezza del grano intero, ma che occupano una superficie inferiore ad un quarto della superficie totale.

3.14. **Pecks:** grani o parti di grani di riso parboiled nei quali più di un quarto della superficie presenta una colorazione nera o marrone scura.

3.15. **Gruppo merceologico:** raggruppamento, definito da Leggi o Regolamenti specifici, a cui un dato riso appartiene.

3.16. **Altri tipi di riso**

3.16.1. Il riso greggio nel riso semigreggio, nel riso semigreggio parboiled, nel riso lavorato e nel riso lavorato parboiled.

3.16.2. Il riso semigreggio nel riso semigreggio parboiled, nel riso lavorato e nel riso lavorato parboiled.

3.16.3. Il riso lavorato nel riso semigreggio parboiled e nel riso lavorato parboiled.

3.16.4. Il riso glutinoso nel riso non glutinoso.

3.16.5. Il riso di altro gruppo merceologico, nel riso di un dato gruppo merceologico.

4. Principio

Separazione per selezione manuale delle materie estranee, dei grani difettosi e degli altri tipi di riso e loro determinazione ponderale.

5. Apparecchiature

5.1. Divisore di campioni, tipo campionatore conico o campionatore a cassetti multipli con sistema di distribuzione;

5.2. Setaccio metallico, a fori tondi di 1,4 mm di diametro,

5.3. Pinzette, bisturi e spazzolino;

5.4. Piccole ciotole;

5.5. Bilancia, con precisione di 0,01 g.

6. Campionamento

Il campionamento deve essere effettuato conformemente a quanto previsto da "Metodi ufficiali di analisi dei cereali".

7. Procedimento

Quando un grano presenta diversi difetti, deve essere classificato nella categoria dove il valore massimo ammesso è il più restrittivo.

Tutte le parti di grani bloccati nei fori del setaccio devono essere considerate come trattenute dal setaccio.

I caratteri biometrici sono determinati sulla base della misurazione di almeno 100 grani interi presi a caso.

7.1. Preparazione del campione
Miscelare con cura il campione di laboratorio al fine di renderlo il più uniforme possibile, quindi procedere, se necessario, alla riduzione, con l'aiuto di un divisore (5.1), fino a ottenere una quantità di circa 800 g. Prender nota di eventuali odori particolari o estranei a quello del riso, così come la presenza di insetti vivi o morti, di loro parti o escrementi e tutte le altre anomalie.

7.2. Determinazione
Dividere il campione per l'analisi mediante l'aiuto del divisore (5.1) in due porzioni uguali di circa 400 g. Secondo il tipo di riso da esaminare: riso semigreggio, riso lavorato, riso parboiled semigreggio o riso parboiled lavorato, seguire le modalità operative adeguate descritte di seguito.

7.2.1. Riso semigreggio (vedere schema 8.1)
Pesare, con precisione di 0,1 g, una delle porzioni del campione di analisi così ottenuta e separare, riponendo nelle ciotole (5.4), le materie estranee organiche (3.7), le materie estranee non organiche (3.7) e il riso greggio (3.1). Pesare, con precisione di 0,01 g, le frazioni così ottenute.
Dividere la seconda porzione del campione d'analisi, con l'aiuto del divisore, in modo da ottenere quattro parti di circa 100 g.

Pesare, con precisione di 0,01 g, una prima parte. Stenderla e separare, ponendoli nelle ciotole, i grani danneggiati (3.9), i grani immaturi (3.10) e i grani rossi (3.12). Pesare, con precisione di 0,01 g, le frazioni così ottenute.
Pesare, con precisione di 0,01 g, una seconda parte. Stenderla e separare, ponendole nelle ciotole, le rotture classificandole in rotture grosse (3.6.3), rotture medie (3.6.4), rotture piccole (3.6.5) e frammenti (3.6.6); la separazione dei frammenti e delle rotture piccole è effettuata mediante il setaccio (5.2). Pesare, con precisione di 0,01 g, le frazioni così ottenute.
Procedere alla lavorazione di una terza porzione. Pesare, con precisione di 0,01 g, il riso così ottenuto. Stenderla e separare, ponendoli nelle ciotole, i grani danneggiati dal calore (3.8), i grani gessati (3.11), il riso glutinoso (3.5) ed il riso di altro gruppo merceologico (3.15). Pesare, con precisione di 0,01 g, le frazioni così ottenute.

7.2.2. Riso lavorato (vedere schema 8.2)
Pesare, con precisione di 0,1 g, una delle porzioni del campione d'analisi così ottenuta e separare riponendo nelle ciotole (5.4), le materie estranee organiche (3.7), le materie estranee non organiche (3.7), il riso greggio (3.1) e il riso semigreggio (3.2). Pesare, con precisione di 0,01 g, le frazioni così ottenute.
Dividere la seconda porzione del campione d'analisi, con l'aiuto del divisore, in modo da ottenere quattro parti di circa 100 g.
Pesare, con precisione di 0,01 g, una prima parte. Stenderla e separare, ponendoli nelle ciotole, i grani danneggiati da calore (3.8), i grani danneggiati (3.9), i grani immaturi (3.10), i grani gessati (3.11), i grani rossi (3.12), i grani striati di rosso (3.13), il riso glutinoso (3.5) ed il riso di altro gruppo merceologico (3.15). Pesare, con precisione di 0,01 g, le frazioni così ottenute.
Pesare, con precisione di 0,01 g, una seconda parte. Stenderla e separare, ponendole nelle ciotole, le rotture classificandole in rotture grosse (3.6.3), rotture medie (3.6.4), rotture piccole (3.6.5) e frammenti (3.6.6); la separazione dei frammenti e delle rotture piccole è effettuata mediante il setaccio (5.2). Pesare, con precisione di 0,01 g, le frazioni così ottenute.

7.2.3. Riso parboiled semigreggio (vedere schema 8.3)
Pesare, con precisione di 0,1 g, una delle porzioni del campione d'analisi così ottenuta e separare, riponendo nelle ciotole (5.4), le

materie estranee organiche (3.7), le materie estranee non organiche (3.7) e il riso greggio (3.1). Pesare, con precisione di 0,01 g, le frazioni così ottenute.
Dividere la seconda porzione del campione d'analisi, con l'aiuto del divisore, in modo da ottenere quattro parti di circa 100 g.
Pesare, con precisione di 0,01 g, una prima parte. Stenderla e separare, ponendoli nelle ciotole, i grani danneggiati (3.9), i grani immaturi (3.10), i grani rossi (3.12) e il riso lavorato (3.3). Pesare, con precisione di 0,01 g, le frazioni così ottenute.
Pesare, con precisione di 0,01 g, una seconda parte. Stenderla e separare, ponendole nelle ciotole, le rotture classificandole in rotture grosse (3.6.3), rotture medie (3.6.4), rotture piccole (3.6.5) e frammenti (3.6.6); la separazione dei frammenti e delle rotture piccole è effettuata mediante il setaccio (5.2). Pesare, con precisione di 0,01 g, le frazioni così ottenute.
Procedere alla lavorazione di una terza porzione. Pesare, con precisione di 0,01 g, il riso così ottenuto. Stenderla e separare, ponendoli nelle ciotole, i grani danneggiati dal calore (3.8), il riso glutinoso (3.5), il riso di altro gruppo merceologico (3.15) e i pecks (3.14). Pesare, con precisione di 0,01 g, le frazioni così ottenute.

7.2.4. Riso parboiled lavorato (vedere schema 8.4)
Pesare, con precisione di 0,1 g, una delle porzioni del campione d'analisi così ottenuta e separare, riponendo nelle ciotole (5.4), le materie estranee organiche (3.7), le materie estranee non organiche (3.7), il riso greggio (3.1) e il riso semigreggio (3.2). Pesare, con precisione di 0,01 g, le frazioni così ottenute.
Dividere la seconda porzione del campione d'analisi, con l'aiuto del divisore, in modo da ottenere quattro parti di circa 100 g.
Pesare, con precisione di 0,01 g, una prima parte. Stenderla e separare, ponendoli nelle ciotole, i grani danneggiati da calore (3.8), i grani danneggiati (3.9), i grani immaturi (3.10), i grani rossi (3.12), i grani striati di rosso (3.13), il riso lavorato (3.3), il riso glutinoso (3.5), il riso appartenente ad altro gruppo merceologico (3.15) e i pecks (3.14). Pesare, con precisione di 0,01 g, le frazioni così ottenute.
Pesare, con precisione di 0,01 g, una seconda parte. Stenderla e separare, ponendole nelle ciotole, le rotture classificandole in rotture grosse (3.6.3), rotture medie (3.6.4), rotture piccole (3.6.5) e frammenti (3.6.6); la separazione dei frammenti e delle rotture piccole è effettuata mediante il setaccio (5.2). Pesare, con precisione di 0,01 g, le frazioni così ottenute.

ALLEGATO AL METODO PER LA DETERMINAZIONE DEI DIFETTI DEL RISO SEMIGREGGIO O LAVORATO

LEGISLAZIONE ITALIANA

Legge 18 marzo 1958, n. 325, modificata dalla Legge 5 giugno 1962, n. 586 e dal Decreto Legislativo 27 gennaio 1992 n. 109. Disciplina del commercio interno del riso.

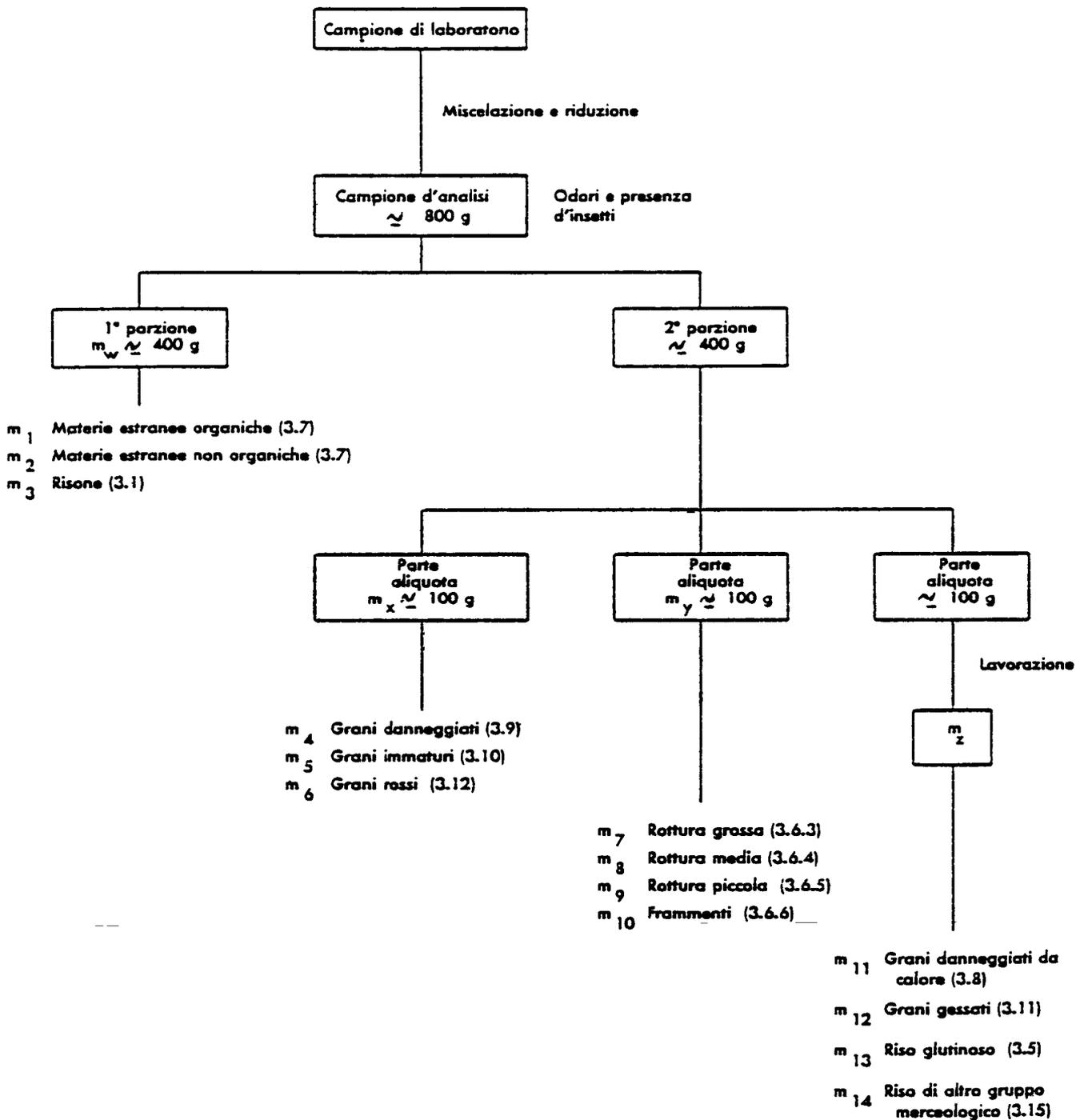
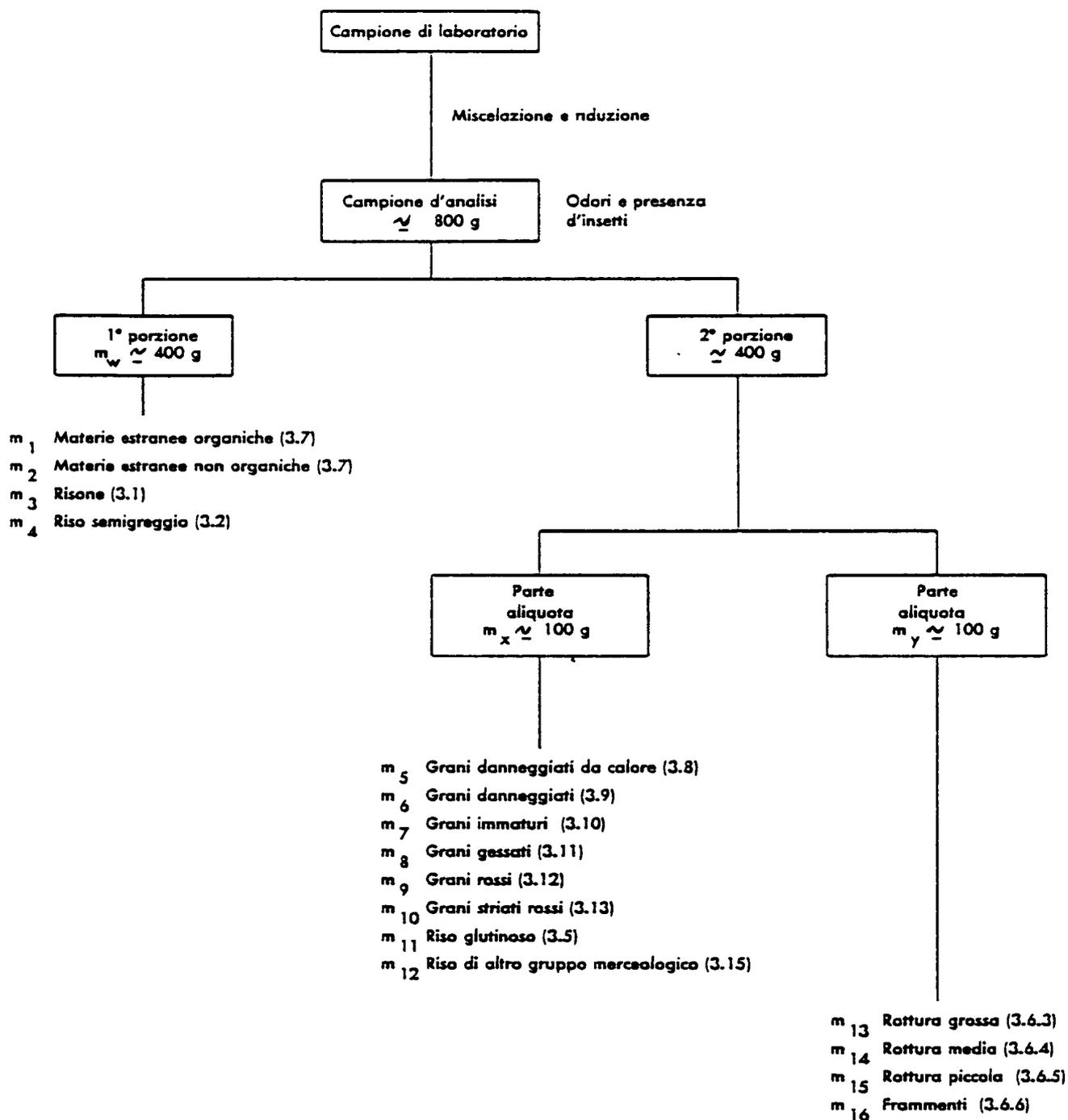
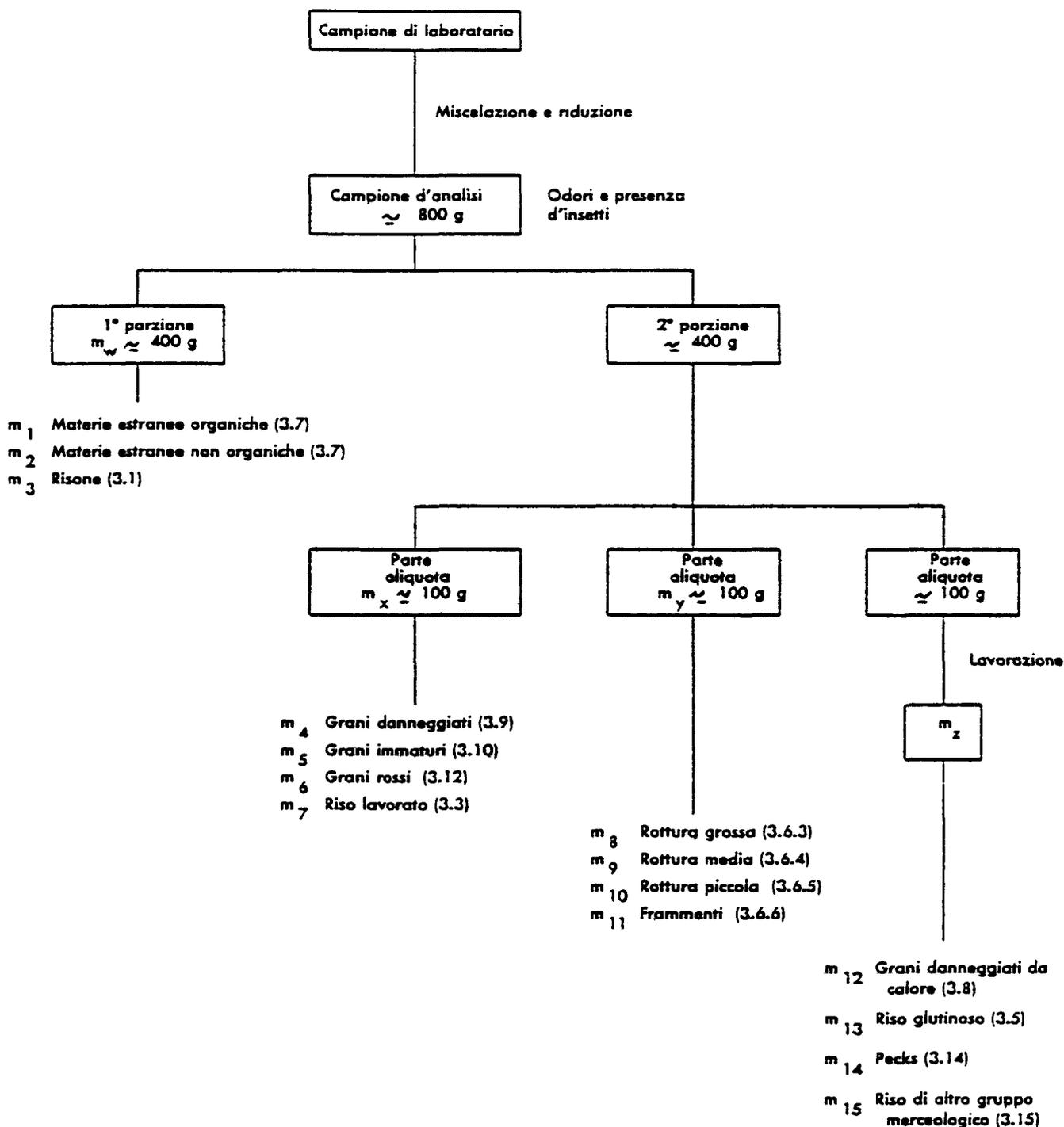
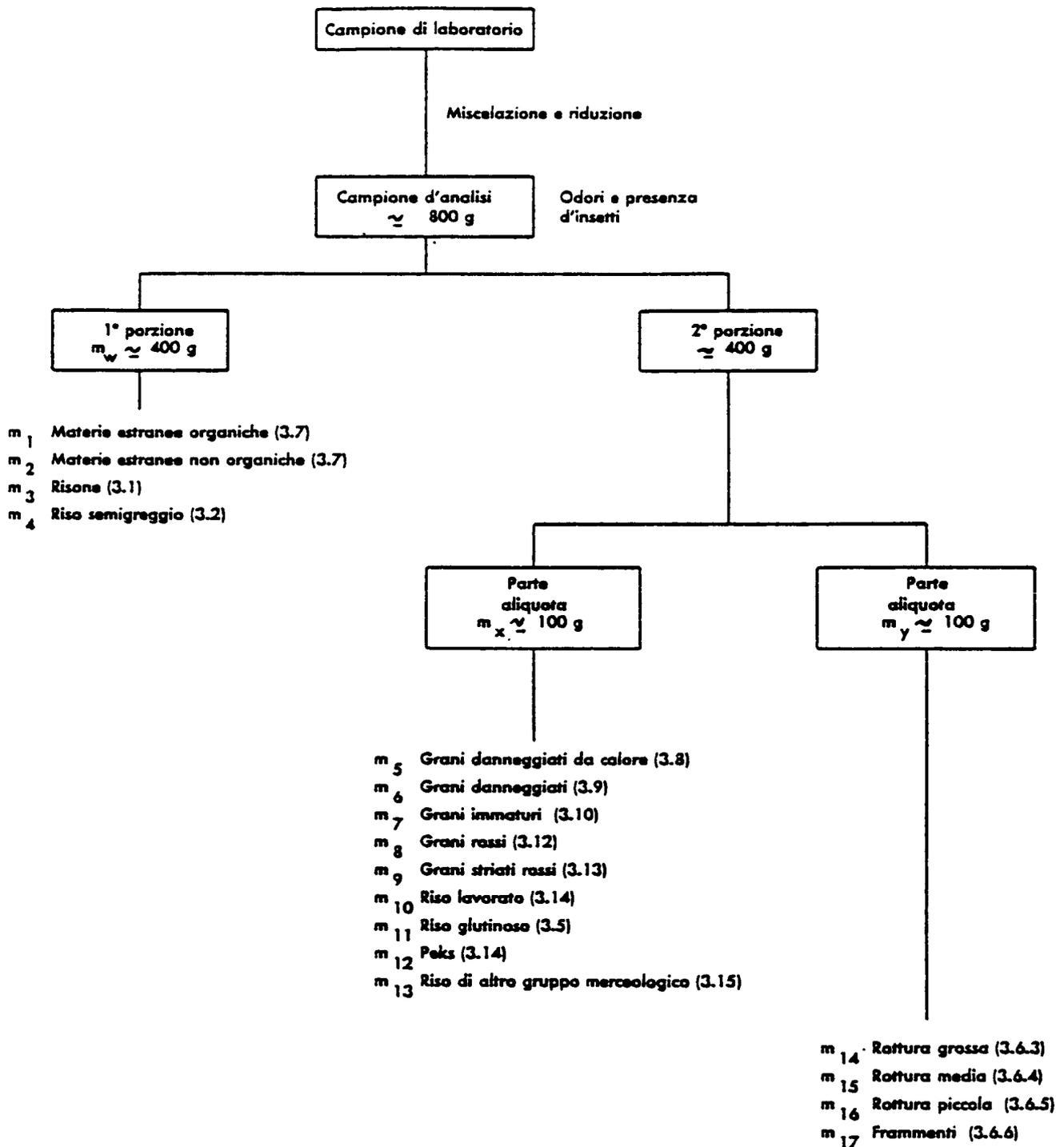
Ministero dell'Agricoltura e delle Foreste, D.M 3 febbraio 1992. G.U. n. 39 del 17.2.1992.
Determinazione delle varietà di risone e delle corrispondenti varietà di riso e loro attribuzioni al gruppo di appartenenza per l'annata agraria 1989-90.

REGOLAMENTI CEE

Regolamento CEE n. 1418/76 del 21 giugno 1976. G.U. L166 del 25.6.1976, relativo alla organizzazione comune del mercato del riso (modificato dai Regolamenti n. 1158/77 del 17 marzo 1977, n. 594/78 del 20 marzo 1978, n. 709/78 del 4 aprile 1978, n. 1126/78 del 22 maggio 1978, n. 1260/78 del 12 giugno 1978, n. 1552/79 del 24 luglio 1979, n. 113/80 del 15 gennaio 1980, n. 1871/80 del 15 luglio 1980, n. 1566/83 del 14 giugno 1983, n. 174/84 del 23 gennaio 1984, n. 1025/84 del 31 marzo 1984, n. 3768/85 del 20 dicembre 1985, n. 1007/86 del 25 marzo 1986, n. 1449/86 del 13 maggio 1986, n. 1907/87 del 2 luglio 1987, n. 3877/87 del 18 dicembre 1987, n. 3990/87 del 23 dicembre 1987, n. 2229/88 del 29 luglio 1988).

Regolamento CEE n. 1423/76 del 21 giugno 1976. G.U.L166 del 25.6.1976, che fissa le qualità tipo del riso e delle rotture di riso.

8. Schemi operativi

8.1 Riso semigreggio

8.2 Riso lavorato

8.3 **Riso parboiled semigreggio**

8.4 Riso parboiled lavorato

9 Espressione dei risultati

Esprimere il valore delle seguenti categorie come percentuale in massa del prodotto tal quale.

Indicare i risultati per ciascuna categoria con un decimale.

Categorie	Riso			
	semigreggio	lavorato	semigreggio parboliled	lavorato parboiled
Materie estranee organiche	$\frac{m_1 \times 100}{m_w}$	$\frac{m_1 \times 100}{m_w}$	$\frac{m_1 \times 100}{m_w}$	$\frac{m_1 \times 100}{m_w}$
Materie estranee inorganiche	$\frac{m_2 \times 100}{m_w}$	$\frac{m_2 \times 100}{m_w}$	$\frac{m_2 \times 100}{m_w}$	$\frac{m_2 \times 100}{m_w}$
Riso greggio	$\frac{m_3 \times 100}{m_w}$	$\frac{m_3 \times 100}{m_w}$	$\frac{m_3 \times 100}{m_w}$	$\frac{m_3 \times 100}{m_w}$
Riso semigreggio	= =	$\frac{m_4 \times 100}{m_w}$	= =	$\frac{m_4 \times 100}{m_w}$
Riso lavorato	= =	= =	$\frac{m_7 \times 100}{m_x}$	$\frac{m_{10} \times 100}{m_x}$
Grani danneggiati da calore	$\frac{m_{11} \times 100}{m_z}$	$\frac{m_5 \times 100}{m_x}$	$\frac{m_{12} \times 100}{m_z}$	$\frac{m_5 \times 100}{m_x}$
Grani danneggiati	$\frac{m_4 \times 100}{m_x}$	$\frac{m_6 \times 100}{m_x}$	$\frac{m_4 \times 100}{m_x}$	$\frac{m_6 \times 100}{m_x}$
Grani immaturi	$\frac{m_5 \times 100}{m_x}$	$\frac{m_7 \times 100}{m_x}$	$\frac{m_5 \times 100}{m_x}$	$\frac{m_7 \times 100}{m_x}$
Grani gessati	$\frac{m_{12} \times 100}{m_z}$	$\frac{m_8 \times 100}{m_x}$	= =	= =
Grani rossi	$\frac{m_6 \times 100}{m_x}$	$\frac{m_9 \times 100}{m_x}$	$\frac{m_6 \times 100}{m_x}$	$\frac{m_8 \times 100}{m_x}$
Grani striati rossi	= =	$\frac{m_{10} \times 100}{m_x}$	= =	$\frac{m_9 \times 100}{m_x}$
Riso glutinoso	$\frac{m_{13} \times 100}{m_z}$	$\frac{m_{11} \times 100}{m_x}$	$\frac{m_{13} \times 100}{m_z}$	$\frac{m_{11} \times 100}{m_x}$
Peks	= =	= =	$\frac{m_{14} \times 100}{m_z}$	$\frac{m_{12} \times 100}{m_x}$
Riso di altro gruppo merceologico	$\frac{m_{14} \times 100}{m_z}$	$\frac{m_{12} \times 100}{m_x}$	$\frac{m_{15} \times 100}{m_z}$	$\frac{m_{13} \times 100}{m_x}$

Categorie	Riso			
	semigreggio	lavorato	semigreggio parboiled	lavorato parboiled
Rotture grosse	$\frac{m_7 \times 100}{m_y}$	$\frac{m_{13} \times 100}{m_y}$	$\frac{m_8 \times 100}{m_y}$	$\frac{m_{14} \times 100}{m_y}$
Rotture medie	$\frac{m_8 \times 100}{m_v}$	$\frac{m_{14} \times 100}{m_y}$	$\frac{m_9 \times 100}{m_v}$	$\frac{m_{15} \times 100}{m_y}$
Rotture piccole	$\frac{m_9 \times 100}{m_v}$	$\frac{m_{15} \times 100}{m_y}$	$\frac{m_{10} \times 100}{m_y}$	$\frac{m_{16} \times 100}{m_y}$
Frammenti	$\frac{m_{10} \times 100}{m_y}$	$\frac{m_{16} \times 100}{m_y}$	$\frac{m_{11} \times 100}{m_y}$	$\frac{m_{17} \times 100}{m_y}$

Nota. Categorie definite da Leggi o Regolamenti e sopra non riportate vanno calcolate seguendo i criteri qui utilizzati.

p. Il Ministero delle risorse agricole, alimentari e forestali
L'ispettore generale capo per la repressione delle frodi
GRIMALDI

94A4960

FRANCESCO NIGRO, *direttore*

FRANCESCO NOCITA, *redattore*
ALFONSO ANDRIANI, *vice redattore*

(6651423) Roma - Istituto Poligrafico e Zecca dello Stato - S.

MODALITÀ PER LA VENDITA

La «Gazzetta Ufficiale» e tutte le altre pubblicazioni ufficiali sono in vendita al pubblico:

- **presso l'Agenzia dell'Istituto Poligrafico e Zecca dello Stato in ROMA, piazza G. Verdi, 10;**
- **presso le Concessionarie speciali di:**
  BARI, Libreria Laterza S.p.a., via Sparano, 134 - BOLOGNA, Libreria Ceruti, piazza dei Tribunali, 5/F - FIRENZE, Libreria Pirola (Etruria S.a.s.), via Cavour, 46/r - GENOVA, Libreria Baldaro, via XII Ottobre, 172/r - MILANO, Libreria concessionaria «Istituto Poligrafico e Zecca dello Stato» S.r.l., Galleria Vittorio Emanuele, 3 - NAPOLI, Libreria Italiana, via Chiaia, 5 - PALERMO, Libreria Flaccovio SF, via Ruggero Settimo, 37 - ROMA, Libreria Il Tritone, via del Tritone, 61/A - TORINO, Cartiere Miliani Fabriano - S.p.a., via Cavour, 17;
- **presso le Librerie depositarie indicate nella pagina precedente.**

Le richieste per corrispondenza devono essere inviate all'Istituto Poligrafico e Zecca dello Stato - Direzione Marketing e Commerciale - Piazza G. Verdi, 10 - 00100 Roma, versando l'importo, maggiorato delle spese di spedizione, a mezzo del c/c postale n. 387001. Le inserzioni, come da norme riportate nella testata della parte seconda, si ricevono in Roma (Ufficio inserzioni - Piazza G. Verdi, 10). Le suddette librerie concessionarie speciali possono accettare solamente gli avvisi consegnati a mano e accompagnati dal relativo importo.

PREZZI E CONDIZIONI DI ABBONAMENTO - 1994

Gli abbonamenti annuali hanno decorrenza dal 1° gennaio al 31 dicembre 1994
i semestrali dal 1° gennaio al 30 giugno 1994 e dal 1° luglio al 31 dicembre 1994

ALLA PARTE PRIMA - LEGISLATIVA

Ogni tipo di abbonamento comprende gli indici mensili

Tipo A - Abbonamento ai fascicoli della serie generale, inclusi i supplementi ordinari:
- annuale . . . . L. 357.000
- semestrale . . . . L. 195.500

Tipo B - Abbonamento ai fascicoli della serie speciale destinata agli atti dei giudizi davanti alla Corte costituzionale:
- annuale . . . . L. 65.500
- semestrale . . . . L. 46.000

Tipo C - Abbonamento ai fascicoli della serie speciale destinata agli atti delle Comunità europee:
- annuale . . . . L. 200.000
- semestrale . . . . L. 109.000

Tipo D - Abbonamento ai fascicoli della serie speciale destinata alle leggi ed ai regolamenti regionali:
- annuale . . . . L. 65.000
- semestrale . . . . L. 45.500

Tipo E - Abbonamento ai fascicoli della serie speciale destinata ai concorsi indetti dallo Stato e dalle altre pubbliche amministrazioni:
- annuale . . . . L. 199.500
- semestrale . . . . L. 108.500

Tipo F - Abbonamento ai fascicoli della serie generale, inclusi i supplementi ordinari, ed ai fascicoli delle quattro serie speciali:
- annuale . . . . L. 687.000
- semestrale . . . . L. 379.000

Integrando il versamento relativo al tipo di abbonamento della Gazzetta Ufficiale, *parte prima, prescelto con la somma di* **L. 98.000**, *si avrà diritto a ricevere l'Indice repertorio annuale cronologico per materie 1994.*

Prezzo di vendita di un fascicolo della *serie generale*	L.	1.300
Prezzo di vendita di un fascicolo delle *serie speciali I, II e III*, ogni 16 pagine o frazione	L.	1.300
Prezzo di vendita di un fascicolo della *IV serie speciale «Concorsi ed esami»*	L.	2.550
Prezzo di vendita di un fascicolo *indici mensili*, ogni 16 pagine o frazione	L.	1.300
Supplementi ordinari per la vendita a fascicoli separati, ogni 16 pagine o frazione	L.	1.400
Supplementi straordinari per la vendita a fascicoli separati, ogni 16 pagine o frazione	L.	1.400

Supplemento straordinario «Bollettino delle estrazioni»

Abbonamento annuale	L.	124.000
Prezzo di vendita di un fascicolo ogni 16 pagine o frazione	L.	1.400

Supplemento straordinario «Conto riassuntivo del Tesoro»

Abbonamento annuale	L.	81.000
Prezzo di vendita di un fascicolo	L.	7.350

Gazzetta Ufficiale su MICROFICHES - 1994
(Serie generale - Supplementi ordinari - Serie speciali)

Abbonamento annuo mediante 52 spedizioni settimanali raccomandate	L.	1.300.000
Vendita singola: per ogni microfiches fino a 96 pagine cadauna	L.	1.500
per ogni 96 pagine successive	L.	1.500
Spese per imballaggio e spedizione raccomandata	L.	4.000

N.B. — Le microfiches sono disponibili dal 1° gennaio 1983. — Per l'estero i suddetti prezzi sono aumentati del 30%

ALLA PARTE SECONDA - INSERZIONI

Abbonamento annuale	L.	336.000
Abbonamento semestrale	L.	205.000
Prezzo di vendita di un fascicolo, ogni 16 pagine o frazione	L.	1.450

I prezzi di vendita, in abbonamento ed a fascicoli separati, per l'estero, nonché quelli di vendita dei fascicoli delle annate arretrate, compresi i fascicoli dei supplementi ordinari e straordinari, sono raddoppiati.

L'importo degli abbonamenti deve essere versato sul c/c postale n. 387001 intestato all'Istituto Poligrafico e Zecca dello Stato. L'invio dei fascicoli disguidati, che devono essere richiesti all'Amministrazione entro 30 giorni dalla data di pubblicazione, è subordinato alla trasmissione di una fascetta del relativo abbonamento.

Per informazioni o prenotazioni rivolgersi all'Istituto Poligrafico e Zecca dello Stato - Piazza G. Verdi, 10 - 00100 ROMA
abbonamenti ☎ (06) 85082149/85082221 - vendita pubblicazioni ☎ (06) 85082150/85082276 - inserzioni ☎ (06) 85082145/85082189

L. 4.200